

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-190901

(P 2 0 0 1 - 1 9 0 9 0 1 A)

(43) 公開日 平成13年7月17日 (2001.7.17)

| (51) Int. Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テマコード [*] (参考) |
|----------------------------|------|------------|-------------------------|
| B01D 3/32 | | B01D 3/32 | Z |
| 3/14 | | 3/14 | A |
| C07C 51/44 | | C07C 51/44 | |
| 51/50 | | 51/50 | |
| 57/075 | | 57/075 | |

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

| | | | |
|--------------|-------------------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願2000-326750 (P 2000-326750) | (71) 出願人 | 000004628 株式会社日本触媒 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号 |
| (22) 出願日 | 平成12年10月26日 (2000.10.26) | (72) 発明者 | 水谷 範昭 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の 1 株式会社日本触媒内 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願平11-308010 | (72) 発明者 | 松本 行弘 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の 1 株式会社日本触媒内 |
| (32) 優先日 | 平成11年10月29日 (1999.10.29) | (74) 代理人 | 100067828 弁理士 小谷 悦司 (外2名) |
| (33) 優先権主張国 | 日本 (J P) | | |

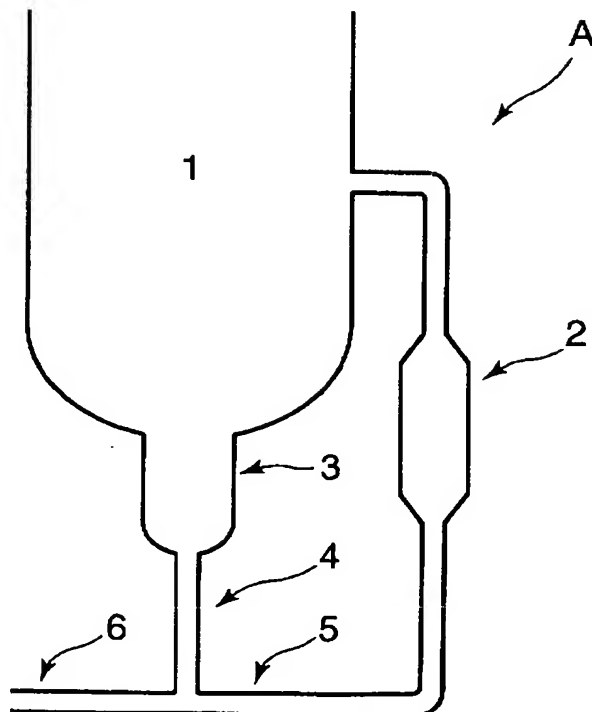
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 蒸留装置および蒸留方法

(57) 【要約】

【課題】 (メタ) アクリル酸などの易重合性化合物の蒸留装置および蒸留方法であって、蒸留塔内での重合が効果的に防止され、しかもガスの巻き込みなどがなく、蒸留が安定して行えるようにする。

【解決手段】 蒸留装置は蒸留塔 1、リボイラー 2、液体を上記蒸留塔底部から流出させる塔底液抜き出し管 4、及び上記蒸留塔 1 及び上記塔底液抜き出し管 4 の間に設けられたポット 3 を備える。流出した液の一部は系外に抜き出され、残りはリボイラー 2 に循環する。上記ポット 3 は上記蒸留塔 1 の断面積より小さい断面積を有し、かつ上記塔底液抜き出し管 4 の断面積より大きな断面積を有する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 蒸留塔、塔底液抜き出し部、及びポットを備え、塔底液抜き出し部からの塔底液の一部が系外に抜き出されるようにし、上記ポットは蒸留塔底部と塔底液抜き出し部との間に位置し、上記蒸留塔の断面積よりも小さな断面積を有し、かつ上記塔底液抜き出し部よりも大きな断面積を有することを特徴とする蒸留装置。

【請求項 2】 請求項 1 記載の蒸留装置において、更にリボイラーを備え、上記塔底液抜き出し部は 1 つの抜き出し管で構成し、この塔底液抜き出し管を通る塔底液の一部が系外に抜き出され、残りの塔底液がリボイラーに循環されるようにするとともに、上記ポットは下記の条件 (a) 及び (b) を満たすようにしたことを特徴とする蒸留装置。

(a) $0.02 \leq S1/S2 \leq 0.5$

(b) $1 < S1/S3 \leq 2.0$

(ここで、S1 はポット断面積であり、S2 は蒸留塔断面積であり、S3 は塔底液抜き出し管の断面積である。)

【請求項 3】 請求項 1 記載の蒸留装置において、更にリボイラーを備え、上記塔底液抜き出し部は塔底液の一部をリボイラーに循環するリボイラー循環用管および残りの塔底液を系外に抜き出すための系外抜き出し管を含み、蒸留塔底部とリボイラー循環用管および系外抜き出し管との間に、下記の条件 (a)、(c) を満たしてなるポットを設けたことを特徴とする蒸留装置。

(a) $0.02 \leq S1/S2 \leq 0.5$

(c) $1 < S1/S4 \leq 2.0$ かつ $1 < S1/S5 \leq 2.0$

(ここで、S1 は上記ポットの断面積であり、S2 は上記蒸留塔の断面積であり、S4 は系外抜き出し管の断面積であり、S5 はリボイラー循環用管の断面積である。)

【請求項 4】 請求項 1 記載の蒸留装置において、更にリボイラーを備え、上記塔底液抜き出し部は塔底液の一部をリボイラーに循環するリボイラー循環用管および残りの塔底液を系外に抜き出すための系外液抜き出し管を含み、上記蒸留塔と上記系外抜き出し管の間に第 1 のポット、上記蒸留塔底部と上記リボイラー循環用管の間に第 2 のポットをそれぞれ設け、上記第 1 及び第 2 のポットが下記の条件 (a)、(d) を満たすようにしたことを特徴とする蒸留装置。

(a) $0.02 \leq [S1(A) + S1(B)] / S2 \leq 0.5$

(d) $1 < S1(A) / S4 \leq 2.0$ かつ $1 < S1(B) / S5 \leq 2.0$

(ここで、S1(A) は系外抜き出し管側の第 1 のポットの断面積であり、S1(B) はリボイラー循環用管側の第 2 のポットの断面積であり、S4 は系外抜き出し管の断面積であり、S5 はリボイラー循環用管の断面積である。)

【請求項 5】 易重合性化合物を蒸留するためのものである請求項 2 乃至 4 のいずれかに記載の蒸留装置。

【請求項 6】 易重合性化合物が (メタ) アクリル酸及び/或いはそのエステルから選ばれる少なくとも 1 種である請求項 5 に記載の蒸留装置。

【請求項 7】 蒸留塔、系外に上記蒸留塔底部から塔底液を抜き出す塔底液抜き出し部、及び上記蒸留塔と上記塔底部の間に設けられ、上記蒸留塔の断面積より小さく塔底液抜き出し部の断面積よりも大きい断面積を有するポットを備えた蒸留装置を用いて易重合性化合物を蒸留する蒸留方法。

【請求項 8】 蒸留塔内の液面を上記蒸留塔底部に設けられた鏡面の下端と下端の間に維持する請求項 7 記載の蒸留方法。

【請求項 9】 ポット内の液体の線速を $0.03 \sim 1 \text{ m/s}$ にする請求項 7 又は 8 記載の蒸留方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は蒸留装置および蒸留方法に関し、詳しくは (メタ) アクリル酸などの易重合性化合物を蒸留するに好適な蒸留装置および蒸留方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、(メタ) アクリル酸などの易重合性化合物を蒸留する際には重合物が形成されて管閉塞を起こすので、重合の防止を目的として、重合防止剤や分子状酸素の投入が行われている。

【0003】 しかし、蒸留塔の底部では一般に温度が高く、液体の滞留時間が長くなると、重合が起こり易く、重合物が形成されたときは、運転を中止し、人為的あるいは化学的に除去することが行われている。

【0004】 一方、液体の滞留時間を短くして、重合の発生を防止することが考えられるが、蒸留塔内での液面が低くなりすぎると、渦が発生してガスの巻き込みが起こり、蒸留を安定して行えなくなるとの問題が生じる。

【0005】 例えば、キスター (Kister) 著「蒸留操作 (Distillation Operation)」マックグローヒル発行の 99 頁の図 4.8 (a) には、液面をポットの内部に維持することが記載されている。しかし、この方法では、蒸留塔下部鏡で重合が起こり易く、またポットの胴体長さを長くとる必要があることから建設費がかさむ。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記のような従来技術の問題を解決し、蒸留塔内での重合が効果的に防止され、ガスの巻き込みなどがなく、蒸留が安定して行えるようにした蒸留装置および蒸留方法を提供しようとするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明の発明者は、適切

な大きさのポットを蒸留塔の底に設けることで上記の問題を解決できることを知り、本発明をその知見に基づいて完成させた。

【0008】本発明の蒸留装置は、蒸留塔、塔底液抜き出し部、及びポットを備え、塔底液抜き出し部からの塔底液の一部が系外に抜き出されるようにし、上記ポットは蒸留塔底部と塔底液抜き出し部との間に位置し、上記蒸留塔の断面積よりも小さな断面積を有し、かつ上記塔底液抜き出し部よりも大きな断面積を有する。

【0009】特に、この蒸留装置において、更にリボイラーを備え、上記塔底液抜き出し部は1つの抜き出し管で構成し、この塔底液抜き出し管を通る塔底液の一部が系外に抜き出され、残りの塔底液がリボイラーに循環されるようにするとともに、上記ポットは下記の条件(a)及び(b)を満たすようにする。

(a) $0.02 \leq S1/S2 \leq 0.5$

(b) $1 < S1/S3 \leq 20$

S1はポット断面積、S2は蒸留塔の断面積、S3は塔底液抜き出し管の断面積である。

【0010】また、上記蒸留装置において、更にリボイラーを備え、上記塔底液抜き出し部は塔底液の一部をリボイラーに循環するリボイラー循環用管および残りの塔底液を系外に抜き出すための系外抜き出し管を含み、蒸留塔底部とリボイラー循環用管および系外抜き出し管との間に、下記の条件(a)、(c)を満たしてなるポットを設けるようにしてもよい。

(a) $0.02 \leq S1/S2 \leq 0.5$

(c) $1 < S1/S4 \leq 20$ かつ $1 < S1/S5 \leq 20$

S1はポットの断面積、S2は上記蒸留塔の断面積、S4は系外抜き出し管の断面積、S5はリボイラー循環用管の断面積である。

【0011】あるいはまた、上記蒸留装置において、更にリボイラーを備え、上記塔底液抜き出し部は塔底液の一部をリボイラーに循環するリボイラー循環用管および残りの塔底液を系外に抜き出すための系外液抜き出し管を含み、上記蒸留塔と上記系外液抜き出し管の間に第1のポット、上記蒸留塔底部と上記リボイラー循環用管の間に第2のポットをそれぞれ設け、上記第1及び第2のポットが下記の条件(a)、(d)を満たすようにしてもよい。

(a) $0.02 \leq [S1(A) + S1(B)] / S2 \leq 0.5$

(d) $1 < S1(A) / S4 \leq 20$ かつ $1 < S1(B) / S5 \leq 20$

S1(A)は系外抜き出し管側の第1のポットの断面積、S1(B)はリボイラー循環用管側の第2のポットの断面積、S4は系外抜き出し管の断面積、S5はリボイラー循環用管の断面積である。

【0012】なお、本発明の蒸留装置は、易重合性化合物を蒸留するためのものであることが好ましい。特に易

重合性化合物が(メタ)アクリル酸及び/或いはそのエステルから選ばれる少なくとも1種である場合に効果的である。

【0013】本発明の易重合性化合物の蒸留方法は、蒸留塔、系外に上記蒸留塔底部から塔底液を抜き出す塔底液抜き出し部、及び上記蒸留塔と上記塔底部の間に設けられ、上記蒸留塔の断面積より小さくて塔底液抜き出し部の断面積よりも大きい断面積を有するポットを備えた蒸留装置を用いる。つまり、上記の蒸留装置のうちの1つを用いる。蒸留塔内の液面は、好ましくは上記蒸留塔底部に設けられた鏡面の上端と下端の間に維持されるとよい。更に、ポット内の液体の線速を0.03~1m/秒にすることが好ましい。

【0014】これらの蒸留装置は、(メタ)アクリル酸のような易重合性化合物を蒸留する際重合を効果的に防止することができる。

【0015】蒸留塔下部に渦が発生することによって液の中にガスが巻き込まれることもまた効果的に避けることができるので、蒸留操作を安定して行うことができる。このように、本発明の蒸留装置及び蒸留方法は、工業的に有利に用いられるものである。

【0016】

【発明の実施の形態】本発明の蒸留装置は、易重合性化合物の蒸留に特に好適に用いられるものである。

【0017】易重合性化合物の代表例としては、(メタ)アクリル酸およびそのエステル、例えばメチルエステル、エチルエステル、イソブチルエステル、n-ブチルエステル、イソブチルエステル、n-ブチルエステル、2-ヒドロキシエチルエステル、ヒドロキシブチルエステル、N、N-ジメチルアミノエチルエステルなどを挙げるることができる。本発明にいう「易重合性化合物の蒸留」とは、これら化合物の単独、または混合物、もしくはこれらを含む液の蒸留を意味する。

【0018】本発明の第1の実施形態による蒸留装置(A)は、図1に示すように、蒸留塔1、リボイラー2、及び上記蒸留塔底部から液を抜き出す塔底液抜き出し管4を備えてなるものであり、蒸留塔1から抜き出され、塔底液抜き出し管4を通った塔底液の一部は、リボイラー循環用管5によりリボイラー2に循環し、残りは系外液抜き出し管6により系外に抜き出される。そして、蒸留塔1の底部と塔底液抜き出し管4との間に下記の条件(a)、(b)を満たしてなるポット3が設けられている。

【0019】なお、S1はポット3の断面積、S2は蒸留塔1の断面積、S3は塔底液抜き出し管4の断面積である。

(a) $S1/S2$ は0.02~0.5、好ましくは0.05~0.4

(b) $S1/S3$ は1より大きくて20以下、好ましくは1.5~16、さらに好ましくは2~12

S1/S2が0.02未満では、ポット上部の液面によつては、ガスの巻き込みを引き起こす。一方0.5を超えると、液滞留時間が長くなり、重合が起こり易くなる。

【0020】S1/S3が20を超えると、ポットでの流動が悪くなる（ポットでの滞留時間が長くなる）ため、ポット3において重合が起こり易くなる。また、S1/S3が1以下ではポット3が構成されない。塔底液抜き出し管4の断面積S3は、リボイラー循環量を考慮して決定される。

【0021】なお、蒸留装置A全体の構造は、例えば図2のようになっている。すなわち、蒸留塔1は、一般的に上部、下部に鏡面を有する円筒状の胴部を備え、その内部に、棚段11等からなる気液接触装置を具備している。蒸留装置Aはさらに凝縮器12等を備えている。

【0022】そして、原料液は、塔壁より蒸留塔1内へ供給される。原料液中の低沸点成分は、塔1内における加熱により気化して塔1内を上昇し、塔頂から凝縮器12へ送られ凝縮された後、系外に取り出される。一方、高沸点成分は塔底よりポット3を経て蒸留塔1下部の塔底液抜き出し管4へ送出され、一部はリボイラー2を介して蒸留塔1へ戻され、残りは系外抜き出し管6を通して系外へ抜き出される。

【0023】本発明の第2の実施形態による蒸留装置(B)は、図3に示すように、蒸留塔1、リボイラー2、塔底液の一部をリボイラー2に循環するリボイラー循環用管5、および残りの塔底液を系外に抜き出すための系外抜き出し管6を備えてなるものである。そして、ポット3は上記蒸留塔1の底部と上記リボイラー循環用管5の間に設けられ、系外抜き出し管6は上記ポット3側に延びる。上記ポット3は下記の条件(a)、(c)を満たしてなる。

【0024】なお、S1はポット3の断面積、S2は蒸留塔1の断面積、S4は系外抜き出し管6の断面積、S5はリボイラー循環用管5の断面積である。

(a) S1/S2は0.02~0.5、好ましくは0.05~0.4

(c) S1/S4、S1/S5は1より大きくて20以下、好ましくは1.5~16、さらに好ましくは2~12

S1/S2が0.02未満では、蒸留塔1の中心部では液の滞留は殆ど見られないが、蒸留塔1の下部鏡壁面付近では液の滞留部が大きくなって重合が起こり易くなり、一方0.5を超えると、ポット3での流動が悪くなる（滞留時間が長くなる）ため、ポット3において重合が起こり易くなる。

【0025】S1/S4及びS1/S5の各々が20を超えると、ポット3での流動が悪くなる（滞留時間が長くなる）ため、ポットにおいて重合が起こり易くなる。なお、S1/S4及びS1/S5が1以下（S1がS4、

S5より小）では、ポットが構成されなくなる。

【0026】本発明の第3の実施形態による蒸留装置(C)は、図4に示すように、蒸留塔1、リボイラー2、蒸留塔1の底部から抜き出した塔底液の一部をリボイラー2に循環するリボイラー循環用管5、および残りの塔底液を系外に抜き出すための系外抜き出し管6を備えてなるものである。そして、図示するようにポット3Aは蒸留塔底部と系外抜き出し管6の間に、ポット3Bは蒸留塔底部とリボイラー循環用管5との間に設けられており、それぞれ、下記の条件(a)、(d)を満たしてなる。

【0027】なお、S1(A)は系外抜き出し管6側のポット3Aの断面積、S1(B)はリボイラー循環用管5側のポット3Bの断面積、S2は蒸留塔1の断面積、S4は系外抜き出し管6の断面積、S5はリボイラー循環用管5の断面積である。

(a) [S1(A)+S1(B)]/S2は0.02~0.5、好ましくは0.05~0.4

(d) S1(A)/S4、S1(B)/S5は1より大きくて20以下、好ましくは1.5~16、さらに好ましくは2~12

S1(A)+S1(B)/S2が0.02未満では、蒸留塔1の下部におけるポット3A、3Bの上部部では液の滞留は殆どみられないが、ポット3A、3Bから離れた場所では、液の滞留部が大きくなって重合が起こり易くなる。一方、0.5を超えると、ポットでの流動が悪くなる（滞留時間が長くなる）ため、ポットにおいて重合が起こり易くなる。

【0028】S1(A)/S4及びS1(B)/S5の各々が20を超えると、ポット3A、3Bでの流動が悪くなる（滞留時間が長くなる）ため、ポット3A、3Bにおいて重合が起こり易くなる。なお、S1(A)/S4、S1(B)/S5が1以下では、ポット3A、3Bが構成されなくなる。

【0029】上記の蒸留装置A、B、及びCにおけるポットの直胴部の長さは、200~1000mm、好ましくは300~800mmとするのがよい。短すぎると、渦が発生したときにガスを巻き込み安定した蒸留ができなくなり、逆に長すぎると液の滞留時間が長くなりポットで重合が起こりやすくなる。

【0030】また、本発明の蒸留装置A、B、及びCにおいては、ポットにボルテックスブレイカを装着するのが好ましい。ボルテックスブレイカそれ自体は公知であるが、本発明の蒸留装置A、B、及びCのポットに装着することにより、渦によるガスの巻き込みを防止でき、安定した蒸留を行うことができる。図5は、ポットにボルテックスブレイカ7を装着した状態を示す説明図である。

【0031】本発明の蒸留装置A、B、及びCのなかでも、蒸留塔1内の重合を効果的に防止できる、ガスの巻

き込みが少なく安定した蒸留が可能である、製作・加工が容易である、などの理由により蒸留装置 (A) が特に好適に用いられる。

【0032】本発明の蒸留方法は、上記の装置 A、B、及び C を用いて蒸留を行うものであるが、蒸留塔 1 内の液面を蒸留塔鏡面の upper 端および下端の間に維持しながら蒸留を行うことにより重合をより効果的に防止することができる。

【0033】図 6 は、上記ポット 3 のすぐ上にある蒸留塔 1 内の液面の高さを示す説明図である。ここで、記号

(X) および (Y) は、それぞれ、蒸留塔下部鏡面の upper 端および下端を示す。蒸留塔下部鏡面の upper 端と下端との距離を H (鏡高さ) とし、液面の高さを h とすると、蒸留塔内の液面を蒸留塔下部鏡面の upper 端および下端の間に維持しながら蒸留するとは、蒸留塔内の液面の高さ

(h) を $0 \leq h \leq H$ に維持しながら蒸留を行うことを意味する。液面高さ (h) は、好ましくは $0.2H \leq h \leq 0.8H$ 、より好ましくは $0.4H \leq h \leq 0.6H$ である。液面が蒸留塔 1 下部の鏡面の upper 端 (X) を超えると (h > H)、渦はできにくい、液体の滞留部が大きくな

って重合が起こりやすくなる。逆に、液面が下端 (Y) より下がると、蒸留塔 1 底部の鏡面における滞留部はなくなるので重合は防止できるが、渦が発生しやすくなり、液体の流れが不安定になり、安定した蒸留を行うことができなくなる。

【0034】本発明の蒸留方法においては、蒸留塔 1 の底部での流体の滞留時間 [(液面から抜き出しノズル入口までの液体量) / (1 分間当りの系外液抜き出し量)] を 120 分以下、好ましくは 90 分以下、さらに好ましくは 60 分以下にするのがよい。滞留時間が長くなるとポットで重合が起こりやすくなる。

【0035】また、本発明の蒸留方法においては、ポット 3 (3A、3B) での液体の線速を $0.03 \sim 1 \text{ m/sec}$ とするのがよい。線速が 0.03 m/sec より小さいと、ポット 3 (3A、3B) に汚れなどが付着し、重合が起こり易くなる。一方、 1 m/sec を超えると渦ができ易く、液体の流れが不安定になり、安定した蒸留を行うことができなくなる。

【0036】

【発明の効果】以上のように本発明によると、蒸留塔の下部に設けられたポットにより、蒸留塔下部の液量を下げたことで液の滞留時間を減少させ、最も温度の高い蒸留塔下部での重合を防止し、安定的に運転することができる。

【0037】つまり、液の滞留時間が長くなると、液重合が進行し、ポンプストレーナを詰まらせたり、リボイラーのチューブを閉塞させ、運転が不可能になる。また、蒸留塔下部出口部にガスが巻き込まれると、リボイラーの循環が低下し、伝熱性が低下するとともに、ポンプのキャビテーションを引き起こし、次工程への液送が

不可能となる。そして、従来は、リボイラー循環ラインへのガス巻き込みを防止するために、鏡面より上の直胴部に液面を保持せざるを得なかったが、蒸留塔下部にポットを持つことで蒸留塔下部の滞留液量を減らし、更に、ガス巻き込みの問題も解消し、重合防止と安定運転が可能になる。

【0038】

【実施例】本発明の蒸留装置を用いて得られた蒸留の試験結果を以下に比較例と共に示す。

【0039】実施例 1

図 1 に示すタイプの蒸留装置 A を用いてアクリル酸の蒸留を行った。

【0040】この蒸留装置は、蒸留塔内径 1200 mm 、ポット内径 500 mm 、ポット高さ 500 mm 、塔底液抜き出し管内径 300 mm のものであった。この蒸留装置において、 $S1/S2 = 0.174$ であり、 $S1/S3 = 2.778$ である。

【0041】上記蒸留塔の中段から、アクリル酸 85 重量%、酢酸 14 重量% を含む液を 2500 kg/h でフィードし、段数 30 段、塔頂圧力 5.33 kPa (40 mmHg)、塔頂温度 44°C の条件で蒸留を行った。この際のポットでの流体の線速は 0.2 m/sec であり、滞留時間は 11 分であった。また、液面の高さ (h) を鏡高さ (H) に対し、 $0.5H$ とした。 ($h = 0.5H$) なお、重合禁止剤としてハイドロキノンを使用し、塔頂ベーパーに対して 100 ppm となるように塔頂より添加した。また、酸素含有ガスを塔底より一定量塔内に供給した。

【0042】上記のようにして 1 ヶ月間連続して蒸留を行った。この間、トラブルもなく安定して運転することができた。その後、蒸留塔内部やストレーナーを点検したが重合物は殆ど認められなかった。

【0043】実施例 2

蒸留塔内径 1200 mm 、ポット内径 300 mm 、塔底液抜き出し管内径 250 mm の蒸留装置 A を用いてアクリル酸の蒸留を行った。この蒸留装置において、 $S1/S2 = 0.063$ 、 $S1/S3 = 1.44$ である。

【0044】蒸留塔に供給した液の組成、蒸留の条件等は実施例 1 と同様である。

【0045】このようにして連続運転を行うと、33 日間トラブルなく運転を行うことができた。

【0046】比較例 1

ここでは、ポットのない蒸留装置を用いてアクリル酸の蒸留を行った。この蒸留装置は、蒸留塔内径 800 mm 、塔底液抜き出し管内径 100 mm のものであった。

【0047】上記蒸留塔の中段から、アクリル酸 85 重量%、酢酸 14 重量% を含む液を 1100 kg/h でフィードし、段数 25 段、塔頂圧力 5.33 kPa (40 mmHg)、塔頂温度 44°C の条件で蒸留を行った。液面の高さ (h) を鏡高さ (H) に対し、 $1.5H$ とし

た。(h=1.5H)なお、重合禁止剤としてヒドロキノンを使用し、塔頂ペーパーに対して100ppmとなるように塔頂より添加した。また、酸素含有ガスを塔底より一定量塔内に供給した。

【0048】上記のようにして連続運転を行ったが、16日目で運転が不可能となった。これは、トレー上や蒸留塔下部鏡などに多量の形成された重合物によるものであった。また、ストレイナーにも多くの重合物が認められた。

【0049】比較例2

ポットを蒸留塔の下部に有するが、S1/S2が0.5を超える蒸留装置を用い、アクリル酸の蒸留を行った。

【0050】蒸留装置は、蒸留塔内径1200mm、ポット内径900mm、ポット高さ500mm、塔底抜き出し管内径300mmであった。この蒸留装置において、S1/S2=0.563、S1/S3=9.000である。

【0051】蒸留塔に供給した液の組成、蒸留の条件等

| | | 実施例1 | 実施例2 | 比較例1 | 比較例2 | 比較例3 |
|------------|------|-------|-------|-------|-------|--------|
| 蒸留塔内径 | mm | 1200 | 1200 | 800 | 1200 | 1200 |
| ポット内径 | mm | 500 | 300 | 100 | 900 | 500 |
| ポット高さ | mm | 500 | | | 500 | 500 |
| 塔底液抜き出し管内径 | mm | 300 | 250 | 100 | 300 | 100 |
| S1/S2 | — | 0.174 | 0.063 | 0.016 | 0.563 | 0.174 |
| S1/S3 | — | 2.778 | 1.44 | 1.000 | 9.000 | 25.000 |
| ポット線速 | mm/S | 0.2 | | | | |
| 蒸留時間 | min | 11 | | | | |
| 稼動可能時間 | | 1ヶ月 | 33日 | 16日 | 13日 | 14日 |

【0058】この表1から明らかなように、S1/S2が0.02~0.5の範囲を逸脱し、かつS1/S3が1~20の範囲を逸脱する比較例1や、S1/S2が0.02~0.5の範囲を逸脱する比較例2、S1/S3が1~20の範囲を逸脱する比較例3では、半月程度もしくはそれ以下の短期間で連続稼動不能となるのに対し、S1/S2及びS1/S3がそれぞれ上記範囲内にある実施例1、2では、1ヶ月もしくはそれ以上の長期間にわたり連続稼動可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1の実施例による蒸留装置の一態様を示す要部の断面説明図である。

【図2】図1に示す蒸留装置全体の断面説明図である。

【図3】本発明の第2の実施例による蒸留装置の要部の

は実施例1と同様である。

【0052】このようにして連続運転を行うと、13日目で運転が不可能となった。

【0053】比較例3

ポットを蒸留塔の下部に有するが、S1/S3が20を超える蒸留装置を用い、アクリル酸の蒸留を行った。

【0054】蒸留装置は、蒸留塔内径1200mm、ポット内径500mm、ポット高さ500mm、塔底抜き出し管内径100mmであった。この蒸留装置において、S1/S2=0.174、S1/S3=25.000である。

【0055】蒸留塔に供給した液の組成、蒸留の条件等は実施例1と同様である。このようにして連続運転を行うと、14日目で運転が不可能となった。

【0056】上記実施例1、2及び比較例1、2、3を対比して示すと、表1のようになる。

【0057】

【表1】

断面説明図である。

【図4】本発明の第3の実施例による蒸留装置の要部の断面説明図である。

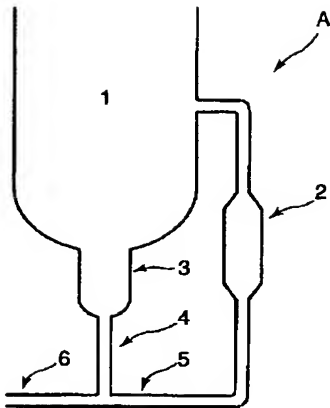
【図5】ボルテックスブレーカのポットへの装着状態を示す説明図である。

【図6】蒸留塔内の液面の高さを示す説明図である。

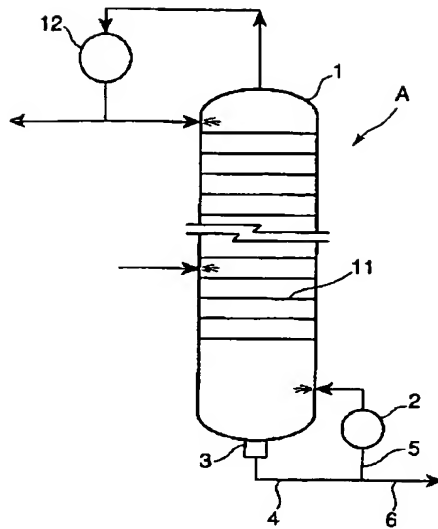
【符号の説明】

- 1 蒸留塔
- 2 リボイラー
- 3, 3A, 3B ポット
- 4 塔底液抜き出し管
- 5 リボイラー循環用管
- 6 系外抜き出し管

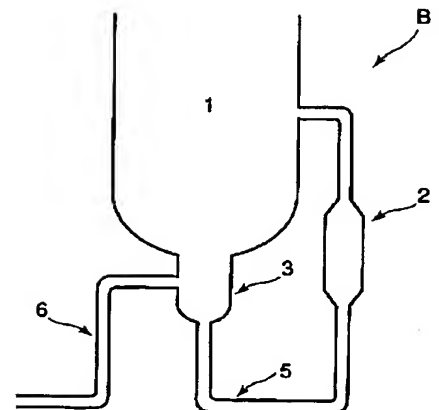
【図 1】



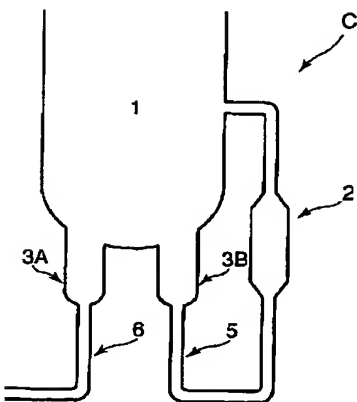
【図 2】



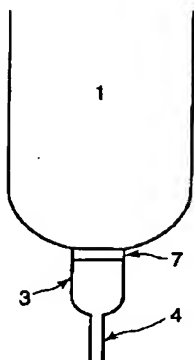
【図 3】



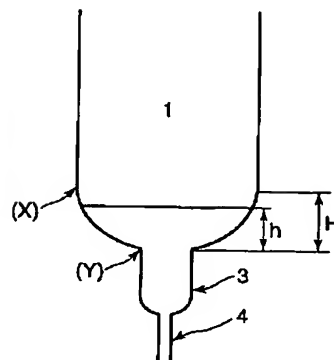
【図 4】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

| (51) Int. Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テーマコード (参考) |
|----------------------------|------|-------|-------------|
| 67/54 | | 67/54 | |
| 67/62 | | 67/62 | |
| 69/54 | | 69/54 | 2 |

- (72) 発明者 坂元 一彦
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
1 株式会社日本触媒内
- (72) 発明者 眞田 健次
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
1 株式会社日本触媒内